

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 4月27日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-130941

出 願 人

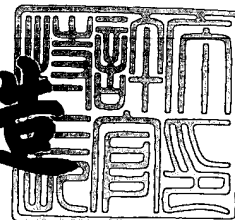
Applicant(s):

昭和電工株式会社

2001年 5月18日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3042549

【書類名】 特許願

【整理番号】 11H130093

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C01B 31/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区大川町 5 - 1 昭和電工株式会社  
生産技術センター内

【氏名】 森田 利夫

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区大川町 5 - 1 昭和電工株式会社  
生産技術センター内

【氏名】 坂本 芳久

【発明者】

【住所又は居所】 奈良県御所市室 4 1 0 昭和アルミパウダー株式会社内

【氏名】 須原 豊

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市戸塚区戸塚町 4 8 6 5 - 7 サンベール  
戸塚 4 0 6 号室

【氏名】 西村 邦夫

【特許出願人】

【識別番号】 000002004

【住所又は居所】 東京都港区芝大門一丁目 1 3 番 9 号

【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】 100118740

【住所又は居所】 東京都港区芝大門一丁目 1 3 番 9 号

【氏名又は名称】 柿沼 伸司

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-175105

特2001-130941

【出願日】 平成12年 6月12日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010227

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0102656

【プルーフの要否】 要

【書類名】明細書

【発明の名称】炭素繊維及びその製造方法並びにその装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】炭素源と遷移金属触媒を主原料とし、これらの熱分解反応により得られた炭素繊維を高温熱処理する方法において、該炭素繊維に含まれる遷移金属の不純物を気化させ、キャリアガスに同伴させて熱処理炉中の高温部から排出させることを特徴とする炭素繊維の高温熱処理方法。

【請求項 2】キャリアガスに同伴された不純物を冷却固化させて回収することを特徴とする請求項 1 記載の炭素繊維の高温熱処理方法。

【請求項 3】不純物を回収した後のキャリアガスを再度熱処理炉へ戻して炉内流通用に再利用することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の炭素繊維の高温熱処理方法。

【請求項 4】熱処理後の炭素繊維中の Fe, Ni, Co がいずれも 100 質量 ppm 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかひとつに記載の炭素繊維の高温熱処理方法。

【請求項 5】少なくとも一端が開放端又は開閉可能な開放端を持つグラファイト又はカーボンからなる加熱筒状炉体と、該筒状炉体の外周に設けた断熱材にて構成される、炭素源と遷移金属触媒を主原料とし、これらの熱分解反応により得られる炭素繊維を高温熱処理するための炉であって、被加熱物の炭素繊維を連続的に挿入、加熱、排出するとともに、挿入端及び／又は排出端近傍から炉内へ供給するキャリアガス供給口と炉内の最高温部近傍から該キャリアガスを炉外へ排出する排出口を設けたことを特徴とする高温熱処理装置。

【請求項 6】2000～3000℃の熱処理が可能である請求項 5 記載の高温熱処理装置。

【請求項 7】炉の該キャリアガスの排出口に隣接してキャリアガス中の不純物を冷却固化するための回収場所を設けたことを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の高温熱処理装置。

【請求項 8】不純物を回収後、キャリアガスを再度炉のガス供給口へ送るための機構を有する請求項 7 記載の高温熱処理装置。

【請求項 9】炭素源と遷移金属を主原料とし、これらの熱分解反応を行う工程、熱分解反応生成物を熱処理する工程を含む炭素繊維の製造方法において、請求項 1 乃至 4 のいずれかひとつに記載の炭素繊維の高温熱処理方法を該熱処理工程に含むことを特徴とする炭素繊維の製造方法。

【請求項 10】請求項 1 乃至 3 のいずれかひとつに記載の炭素繊維の高温熱処理方法によって得られた炭素繊維。

【請求項 11】請求項 9 の製造方法によって得られた炭素繊維。

【請求項 12】炭素繊維が、Fe、Ni、Co、Cu、Mo、Ti、V、Pd からなる群から選ばれた少なくとも一種を 100 質量 ppm 以下含有することを特徴とする請求項 10 又は 11 記載の炭素繊維。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は炭素源と触媒としての遷移金属を主原料とする熱分解反応、該熱分解反応生成物を熱処理して得られる炭素繊維、及びその製造方法に関するものである。また、炭素繊維を高温熱処理する方法及びその熱処理装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

微細な炭素繊維の製造方法として、ベンゼン等の有機化合物を原料とし、フェロセン等の有機遷移金属化合物を金属系触媒として用い、これらをキャリアーガスとともに高温の反応炉に導入し微細な炭素繊維を、基板上に生成させる方法（特開昭 60-27700 号公報）、浮遊状態で生成させる方法（特開昭 60-54998 号公報）、あるいは反応炉壁に成長させる方法（特許 2778434 号）等が知られている。これらの方法により製造された炭素繊維は、気相法炭素繊維と呼ばれ、産業界で多量に使用されている。

【0003】

これらの方法では、直径が 0.005~5  $\mu\text{m}$ 、長さが 1~1000  $\mu\text{m}$  程度の繊維状の微細な炭素繊維が製造できる。この繊維は、生成直後の嵩密度が非常

に小さい綿状のものであるため、後工程にて扱いやすいように、通常はプレスされて嵩密度を上げることが行われる。

## 【 0 0 0 4 】

しかし、製造されたままの繊維（粗製繊維）には、繊維以外に未利用触媒の残渣、非繊維炭化物やタール分などが含まれている。これら非繊維状物の除去のため後工程にて様々な工夫がなされている。特に触媒作用として製造時に用いられた有機遷移金属は、製造されたままでは金属として数質量%残存し、炭素繊維の使用特性上好ましくない。

## 【 0 0 0 5 】

未反応の有機物を除去するために、熱処理を行うことは、特性及び性状を整える意味も兼ねて普通に行われる方法である。すなわち付着したタール等の除去あるいは、炭素層面（炭素シート）の結晶調整や結晶成長のために不活性ガス中 9 0 0 °C ~ 2 0 0 0 °C の各種温度で熱処理を行い、反応の際に該繊維表面に付着したタール等を炭化すると同時に一部揮発処理し、更に炭素繊維の用途により、2 0 0 0 °C ~ 3 3 0 0 °C で高温熱処理を行い該炭素繊維を炭素層面の結晶調整や結晶成長のために黒鉛化する。その際に、該炭素繊維に不純物として含まれる反応の触媒として用いた遷移金属等を揮発させ除いている。

## 【 0 0 0 6 】

製造効率の問題から、この製法による炭素繊維の反応生成、プレス、熱処理は連続したライン化された装置によって行われるのが一般的であるが、試験的には、バッチ式の炉も使用される。

## 【 0 0 0 7 】

この熱処理装置は、加熱温度が 2 0 0 0 °C ~ 3 3 0 0 °C と高温のため、装置材料の高温における熱的及び化学的諸特性の安定性を考慮し、熱処理炉の発熱体にはグラファイトあるいはカーボンからなる筒状にしたものあるいは、筒状体の周りに帯状の発熱体を巻いたものを用い、その発熱体の外周には炭素繊維による成形断熱材やカーボンブラックやコークス等の微粉を用いた断熱材を用いることが一般に行われている。

## 【 0 0 0 8 】

そのような高温熱処理炉を用い、炭素繊維を連続的に黒鉛化する際には、特許 2 7 4 4 6 1 7 号公報、特開平 8 - 6 0 4 4 4 号公報で示すように、炉の一端から被加熱材料としての炭素繊維を連続して送り、キャリアーガスとしての不活性ガスを該炭素繊維に対して対向流で流し炉内で高温加熱を行い、該炭素繊維を順次炉の他端から送りだし冷却することにより黒鉛化処理を行うことが効率的である。少量の処理であれば図 1 に示すように片側から炭素繊維を挿入し、同じ側から熱処理後排出するバッチ式の炉が一般的である。

## 【 0 0 0 9 】

多数連続で熱処理する場合は、一方端から入れ、他端から出すタイプの図 2 のような炉が使用される。

## 【 0 0 1 0 】

炉内は全体が非酸化性雰囲気のあるため、一般には被加熱材料の一端から炉内に不活性ガスを流し、他端から排出することで炉内全体を流通するように行われている。図 1 では炉の奥から不活性ガスを入れ、出し入れの側からガスを排出している。図 2 では炉の出側からガスを入れ、入側からガスを排出している。

## 【 0 0 1 1 】

なお、被加熱材料としての炭素繊維は、製造されたままでは嵩密度が低く運送に不便であるので加熱炉挿入にあたっては、黒鉛るつぼ等の容器に入れたり、前述のようにプレスして固めた状態にする。

## 【 0 0 1 2 】

## 【発明が解決しようとする課題】

高温熱処理炉内の温度分布は、構造上、被加熱物の入口側、出口側が低く、中央部が最も高い。両端開放型の連続炉では、ほぼ両端から真中の中間の位置、片側から出し入れする炉でも、ほぼ中間付近の位置が最も高温である。

## 【 0 0 1 3 】

炭素繊維中に混在している反応の触媒として用いた遷移金属等の不純物は、炉の中央付近の高温部で一旦気化し、炉の一端側から流れる不活性ガスに同伴し高温加熱炉の他端側に移動するが、そこで雰囲気温度が下がるため遷移金属等の不

純物が凝縮固化する。その際に、遷移金属等は、発熱体や断熱材を構成するグラファイトあるいはカーボン等の炭素材と反応し易く、反応して遷移金属等の炭化物となり、その結果、発熱体に穴を開け発熱体や断熱材を消耗劣化させることがある。

【 0 0 1 4 】

特に遷移金属としては、Fe、Ni、Co、Mo等が触媒用有機化合物原料として使用される可能性があり、これらは約2000℃以下では凝縮固化してしまう。

【 0 0 1 5 】

また、断熱材は比表面積が大きく遷移金属等と反応しやすく、炭化物を形成するとその分消失して使用できなくなる。

【 0 0 1 6 】

本発明は、上記炭素繊維中の主として残留遷移金属に起因する炉の消耗劣化、損傷を防止するための方法、不純物に汚染されない炭素繊維を炉内熱処理において得る方法、装置を考案するものである。

【 0 0 1 7 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、以下の方法、装置からなる。

- 1) 炭素源と遷移金属触媒を主原料とし、これらの熱分解反応により得られた炭素繊維を高温熱処理する方法において、該炭素繊維に含まれる遷移金属の不純物を気化させ、キャリアガスに同伴させて熱処理炉中の高温部から排出させることを特徴とする炭素繊維の高温熱処理方法、
- 2) キャリアガスに同伴された不純物を冷却固化させて回収することを特徴とする前記1) 記載の炭素繊維の高温熱処理方法、
- 3) 不純物を回収した後のキャリアガスを再度熱処理炉へ戻して炉内流通用に再利用することを特徴とする前記1) 又は2) 記載の炭素繊維の高温熱処理方法、
- 4) 熱処理後の炭素繊維中のFe, Ni, Coがいずれも100質量ppm以下であることを特徴とする前記1) 乃至3) のいずれかひとつに記載の炭素繊維の高温熱処理方法、



- 5) 少なくとも一端が開放端又は開閉可能な開放端を持つグラファイト又はカーボンからなる加熱筒状炉体と、該筒状炉体の外周に設けた断熱材にて構成される、炭素源と遷移金属触媒を主原料とし、これらの熱分解反応により得られる炭素繊維を高温熱処理するための炉であって、被加熱物の炭素繊維を連続的に挿入、加熱、排出するとともに、挿入端及び／又は排出端近傍から炉内へ供給するキャリアガス供給口と炉内の最高温部近傍から該キャリアガスを炉外へ排出する排出口を設けたことを特徴とする高温熱処理装置、
  - 6) 2 0 0 0 ～ 3 0 0 0 ℃ の熱処理が可能である前記 5) 記載の高温熱処理装置、
  - 7) 炉の該キャリアガスの排出口に隣接してキャリアガス中の不純物を冷却固化するための回収場所を設けたことを特徴とする前記 5) 又は 6) 記載の高温熱処理装置、
  - 8) 不純物を回収後、キャリアガスを再度炉のガス供給口へ送るための機構を有する前記 7) 記載の高温熱処理装置、
  - 9) 炭素源と遷移金属を主原料とし、これらの熱分解反応を行う工程、熱分解反応生成物を熱処理する工程を含む炭素繊維の製造方法において、前記 1) 乃至 4) のいずれかひとつに記載の炭素繊維の高温熱処理方法を該熱処理工程に含むことを特徴とする炭素繊維の製造方法、
  - 1 0) 前記 1) 乃至 3) のいずれかひとつに記載の炭素繊維の高温熱処理方法によって得られた炭素繊維、
  - 1 1) 前記 9) の製造方法によって得られた炭素繊維、及び
  - 1 2) 炭素繊維が、Fe、Ni、Co、Cu、Mo、Ti、V、Pd からなる群から選ばれた少なくとも一種を 1 0 0 質量 ppm 以下含有することを特徴とする前記 1 0) 又は 1 1) 記載の炭素繊維。
- である。

【 0 0 1 8 】

【発明の実施の形態】

本発明は、グラファイトあるいはカーボンからなる加熱筒状の炉体と、該筒状炉体の外周に設けた断熱材を有する高温熱処理装置（高温熱処理炉）において、

不活性ガス流通下被熱処理物の炭素繊維を連続的に通過させ不純物除去の高温熱処理をする際に、不純物を含有する不活性ガスをその含有する触媒金属等不純物の凝縮固化、炉材との反応等の炉に有害な作用なく該熱処理炉から排出させることを特徴とする製造方法及びその装置並びにその炭素繊維について提供するものである。

## 【 0 0 1 9 】

さらに排出した不活性ガスから不純物を固化回収し、除去後の不活性ガスを再度、高温熱処理装置へ戻す方法及び機構を提供するものである。

## 【 0 0 2 0 】

本発明に使用される高温熱処理装置は、最低 2 0 0 0 ℃ ～ 3 0 0 0 ℃ 以上の高温まで好ましくは、3 3 0 0 ℃ までの加熱が可能な装置である。このような装置は、縦型あるいは横型の加熱筒状炉体を持った装置が一般的である。そしてその筒状の一端から被加熱物を挿入し、同一端又は他端から取出し、その筒状体中にて加熱を行う方式が普通である。

## 【 0 0 2 1 】

また、その使用温度領域が高いため筒状炉体としては、グラファイトあるいはカーボン等の炭素材で、それをそのまま筒状発熱体とするものが耐久性のうえで適している。筒状炉体の加熱手段は、直接大電流を流すタンマン形式又は誘導コイルにより誘導電流を発生させる高周波誘導方式、あるいは別途帯状カーボン等の発熱体を巻いたもので加熱する等の手段が適用できる。

## 【 0 0 2 2 】

この筒状炉体の外周は、保温と保護のため炭素繊維の断熱材で覆われており、これらにより炉体を構成するのが一般的である。

## 【 0 0 2 3 】

次に本発明の熱処理方法について詳細に説明する。

被加熱物質を高温加熱する場合、被加熱物質が炭素繊維においては、加熱雰囲気为非酸化性雰囲気でないとは酸化消耗が生ずる。また、加熱筒状炉体も炭素製であるため同様の酸化防止が必要となる。このため、不活性ガスをキャリアガスとして炉内に流す必要がある。不活性ガスは、 $N_2$ 、ヘリウム、アルゴン、キセノ

ン、クリプトン等の単体あるいは混合物を用いることができるが、通常入手しやすい $N_2$ 、アルゴンを用いるのが好ましい。

【 0 0 2 4 】

従来法の炉内のガスの循環と炉内温度、不純物の関係を説明するために図 1 のように片側から挿入するバッチ炉での例を挙げる。図 1 は高周波誘導式の炉である。

【 0 0 2 5 】

不活性ガスは、通常炉内で停滞しないよう、また炉の全体を流通するよう筒状炉体 3 内の被熱処理物 6 に対して、炉の一端側のキャリアガス入口 4 から他端側の出口 5 へ流して用いるのが普通である。

【 0 0 2 6 】

不純物として存在する炭素繊維に含まれる遷移金属は、炭素繊維製造のための触媒として使用された Fe、Ni、Co、Mo 等を含む有機物から分解した金属元素であるから、これらは約 2 0 0 0℃以下では揮発しにくい。従って、加熱温度としては、2 0 0 0℃以上、好ましくは 3 0 0 0℃まで可能であることが必要である。

【 0 0 2 7 】

キャリアガス入口 4 付近の温度は、炉内の温度分布としては、炉断熱材 1 付近であるためやや低めである。従って、被熱処理物 6 の位置は、これら金属が揮散可能である温度以上になることを考慮してあまり奥まで詰込まないようにする必要があり、また炉長さとの適性な詰込み量との兼ね合いがある。

【 0 0 2 8 】

高温加熱された被熱処理物 6 から揮発した金属不純物は、不活性ガスをキャリアガスとし、これと混在しキャリアガス出口 5 方向へ移動するが、キャリアガス出口 5 近傍になると加熱帯域を離れ温度が低下する。あるいは、筒状炉体 3 と断熱材 1 との接点付近で温度低下がみられる。このため、不活性ガス中の金属が再度凝縮固化し、断熱材 1 あるいはキャリアガス出口 5 付近で堆積、または炉材との反応の結果の侵食を起こす。

【 0 0 2 9 】

図 2 は、従来から使用されている一端から被熱処理物を入れ、他端から出す方式の連続熱処理炉であるが、図 1 と同様にキャリアガス出口 5 付近での凝縮固化が発生しやすい。

【 0 0 3 0 】

本発明の方法では、図 3 に例示するように被加熱材の入口側、及び最奥部から導入するのが好ましい。すなわち炉内の端部の温度の低い両端から不活性ガスを入れる。

【 0 0 3 1 】

さらに、炉内での不活性ガス中には先に述べたように、炭素繊維中の遷移金属等の不純物が混入しているため、なるべく冷却しないで炉外へ出す必要があるために、炉内の最高温部付近から排出することが本発明のポイントである。

【 0 0 3 2 】

通常、本発明に用いられるような筒状のタンマン型、高周波誘導型の炉では、筒の中間部（両端から一番遠い中央部）付近が最も高温部であるので、この位置からガスを排出する。

【 0 0 3 3 】

この結果、炉断熱材付近あるいはキャリアガス出口でガス中の不純物が凝縮、固化を起こさず炉外へ排出できる。

【 0 0 3 4 】

このガスは、炉外にて冷却し、不純物を例えば容器中にて固化させ回収することができる。また、不純物回収後のガスは、再度炉中へ供給する回路へつなぎ不活性ガスとして再使用することも可能である。

【 0 0 3 5 】

本方法によれば、被熱処理物である、炭素源と触媒金属を主原料とし、これらの熱分解反応により得られる炭素繊維に含まれる Fe、Ni、Co、Cu、Mo、Ti、V、Pd 等の金属元素系不純物、特に Fe、Ni、Co の金属元素系不純物を 100 質量 ppm 以下に下げることができる。

【 0 0 3 6 】

これら金属元素を主とする不純物の除去は、被加熱物の炉内処理時間とキャリ

アガス流量とを増すことにより除去率が上昇する。従って、必要な炭素繊維の不純物規格を考慮し、これらのパラメーター設定を行えばよい。

【 0 0 3 7 】

次に、本発明法を使用した連続炉および装置について図面を参考にしながら説明する。図 4 は、本発明による高周波誘導型の炉体を含む装置の一例の断面図である。

【 0 0 3 8 】

加熱される人造黒鉛製の筒状炉体 3 は、左右端が開放されているが、図の左端にて熱処理の前工程（熱分解反応工程等）のラインと別製の管によって密閉されて繋がっている。右端は、別製の管を通し、開閉シャッター 9 を介し、冷却室 1 2 に連続している。

【 0 0 3 9 】

被加熱物 6（本発明では炭素繊維）は、プレスされた状態あるいは黒鉛るつぼ等の容器に入れられた状態にて左端の前工程から炉内へ駆動装置により送られる。筒状炉体 3 は誘導コイル 2 により誘導加熱され、発熱する。誘導コイルの外側は、断熱材 1 にて覆われ炉体 1 1 を構成している。

【 0 0 4 0 】

筒状炉体 3 は左右開放されているため、中央部が最も高温部となる。また、熱処理時は、非酸化性雰囲気が必要であるため、開放された左右端付近にキャリアガス入口 4 が設けられ、不活性ガスが導入される。導入された不活性ガスは、炉内を循環し、中央の最高温部に設けられたキャリアガス出口 5 から、ガス吸引ポンプ 7 により吸引され炉外へ排出される。

【 0 0 4 1 】

排出する不活性ガスは、高温状態を保って炉のガス出口 5 を出るが、その後不純物固化回収器 8 まで達すると、温度が低下しガス中に含まれる遷移金属を主とする不純物を固化させる。

【 0 0 4 2 】

必要に応じ、この不純物固化回収器 8 の場所には、グラファイト、カーボンあるいはセラミック等からなる回収容器を設置してもよい。また、その容器の内部

には、不純物を反応させてしまうために炭素繊維、カーボンブラックや炭素微粉等を充填してもよい。

【 0 0 4 3 】

なお、不純物を回収した後のガスは、ポンプ等の機構により、再度ガス入口 4 へ送り炉へ戻すことも可能である。図では、再度送られたガスを被加熱物の挿入側付近のガス入口 4 に送り、再利用している。

【 0 0 4 4 】

【実施例】

以下、実際にこの熱処理装置を用いて熱処理を行った結果を示す。なお、これらは説明のための例示であって本発明はこれらに何等制限されるものではない。

【 0 0 4 5 】

(実施例 1)

内径約 1 5 c m の筒状炉体を有する装置を用いて、不純物として鉄 ( F e ) を 2 質量 % 含有する平均直径 0 . 2  $\mu$  m の気相法炭素繊維をアルゴン流通下、 2 8 0 0 ° C で連続に高温処理して、熱処理した炭素繊維を約 1 t 得た。

その際、不純物を含有する不活性ガスを、一旦筒状炉体から排出し、不純物を炭素微粉が充填された固化回収容器にて除いた後、不活性ガスを炉へ戻した。

約 1 t の炭素繊維を処理後、装置を点検したところ、筒状炉体内部には約 0 . 1 k g の鉄元素含有の炭化物が付着していたが、筒状炉体には穴は開いていなかった。不純物固化回収容器には約 2 0 k g の鉄元素含有の炭化物が回収された。また、炉体断熱材は、侵食された状態は見当たらなかった。筒状炉体や断熱材は、再度の使用が可能であった。

熱処理して得られた炭素繊維は、鉄分として 3 0 質量 p p m の F e が検出された。

【 0 0 4 6 】

(実施例 2)

実施例 1 と同様に鉄を 3 質量 % 含有する平均直径 0 . 0 2  $\mu$  m の気相法炭素繊維を同条件にて約 0 . 5 t 連続的に高温処理を行った。

熱処理後、装置を点検したところ、筒状炉体内部には約 0 . 1 k g の鉄炭化物

の付着が見られたが、筒状炉体には穴は開いていなかった。また、不純物固化回収容器には約 1 9 k g の鉄炭化物が回収された。

熱処理して得られた炭素繊維は、鉄分として 3 0 質量 p p m の F e が検出された。

#### 【 0 0 4 7 】

(比較例)

不純物として実施例と同様に鉄 ( F e ) を 2 質量 % 含有する平均直径 0 . 2  $\mu$  m の気相法炭素繊維を使用した。炉は、図 2 に示すような通常の高周波誘導加熱による加熱炉で、内径約 1 5 c m の人造黒鉛の筒状炉体 3 を備え、一端側 4 からアルゴンを導入し、他端側 5 からガスを吸引した。

2 8 0 0 ° C にて約 1 t の炭素繊維を連続に高温処理した。その後、人造黒鉛製の筒状炉体と炭素繊維製の成形断熱材 1 を点検したところ、入口側で、筒状炉体内部には約 2 k g の鉄炭化物が析出しており、穴が開いていた。また、その外周の断熱材には、約 1 2 0 m m 幅  $\times$  4 0 0 m m 長さ  $\times$  7 0 m m 深さの空間が開いており、約 7 k g の鉄元素含有の炭化物の塊が析出していた。また、断熱材には径 1 ~ 3 m m 程度の鉄炭化物微粒子が多く析出しており全体的に劣化していた。

また、次の熱処理には、筒状炉体や断熱材の再度の使用ができず、これらの交換が必要であった。熱処理後の炭素繊維は、鉄分として 2 0 0 質量 p p m の F e が検出された。

#### 【 0 0 4 8 】

【発明の効果】

本発明の製造方法によれば、炭素繊維、例えば気相法炭素繊維にて高温熱処理の際に、発生する不純物の固化、炭素との反応による炉体及び断熱材の劣化を防止することができ、本発明の装置を使用することによって、それらの寿命を延ばすことが可能となり、また、点検頻度も低下させることができ生産効率が向上し、それらを併せた製品コストの低減に大きく寄与できる。

また、熱処理後の炭素繊維に含まれる F e 、 N i 、 C o 、 C u 、 M o 、 T i 、 V 、 P d 等の金属元素、特に、 F e 、 N i 、 C o の遷移金属を 1 0 0 質量 p p m 以下に下げることができる。

【 0 0 4 9 】

【図面の簡単な説明】

【図 1】従来のバッチ式熱処理法による炉体と周辺装置の断面図である。

【図 2】従来の連続式熱処理法による炉体と周辺装置の断面図である。

【図 3】本発明の方法によるバッチ式熱処理法のための炉体と周辺装置の一例の断面図である。

【図 4】本発明による連続式熱処理炉の一例の断面図である。

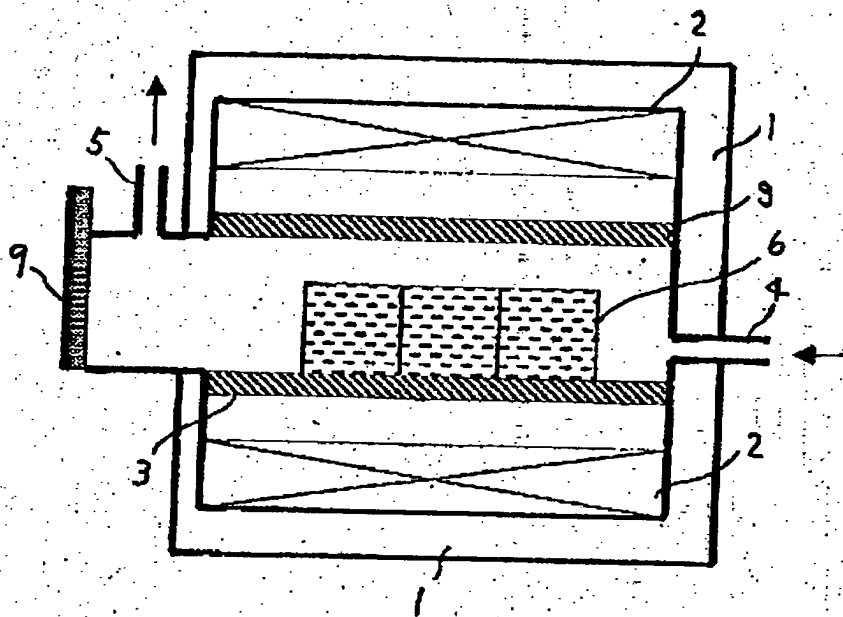
【符号の説明】

- 1 断熱材
- 2 誘導コイル
- 3 筒状炉体
- 4 キャリアガス入口
- 5 キャリアガス出口
- 6 被熱処理物（炭素繊維）
- 7 ガス吸引ポンプ
- 8 不純物固化回収器
- 9 開閉シャッター
- 10 不活性ガス入口
- 11 炉体
- 12 冷却室

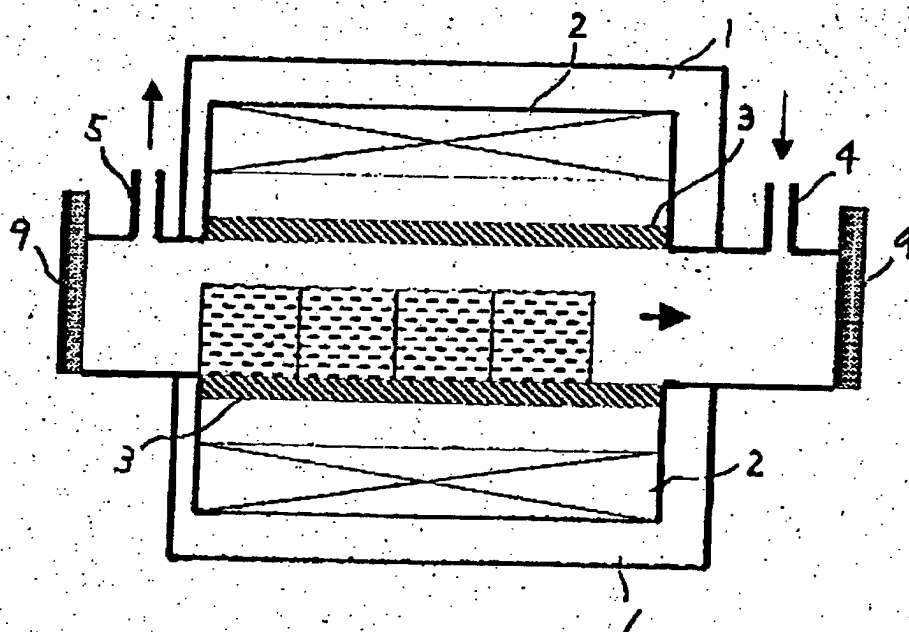


【書類名】 図面

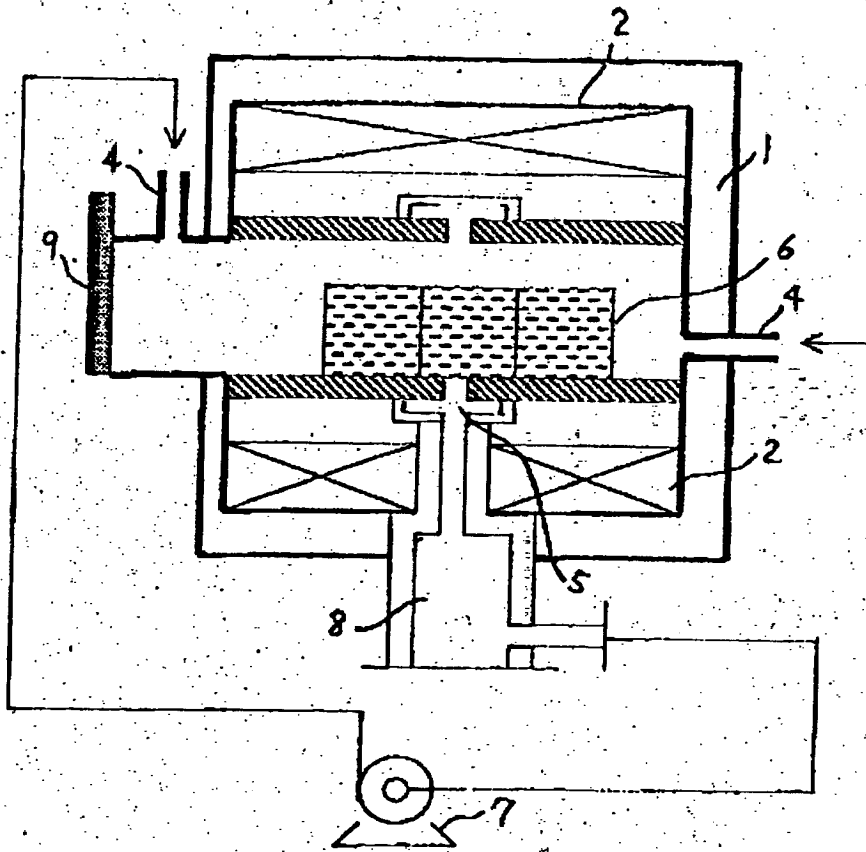
【図 1】



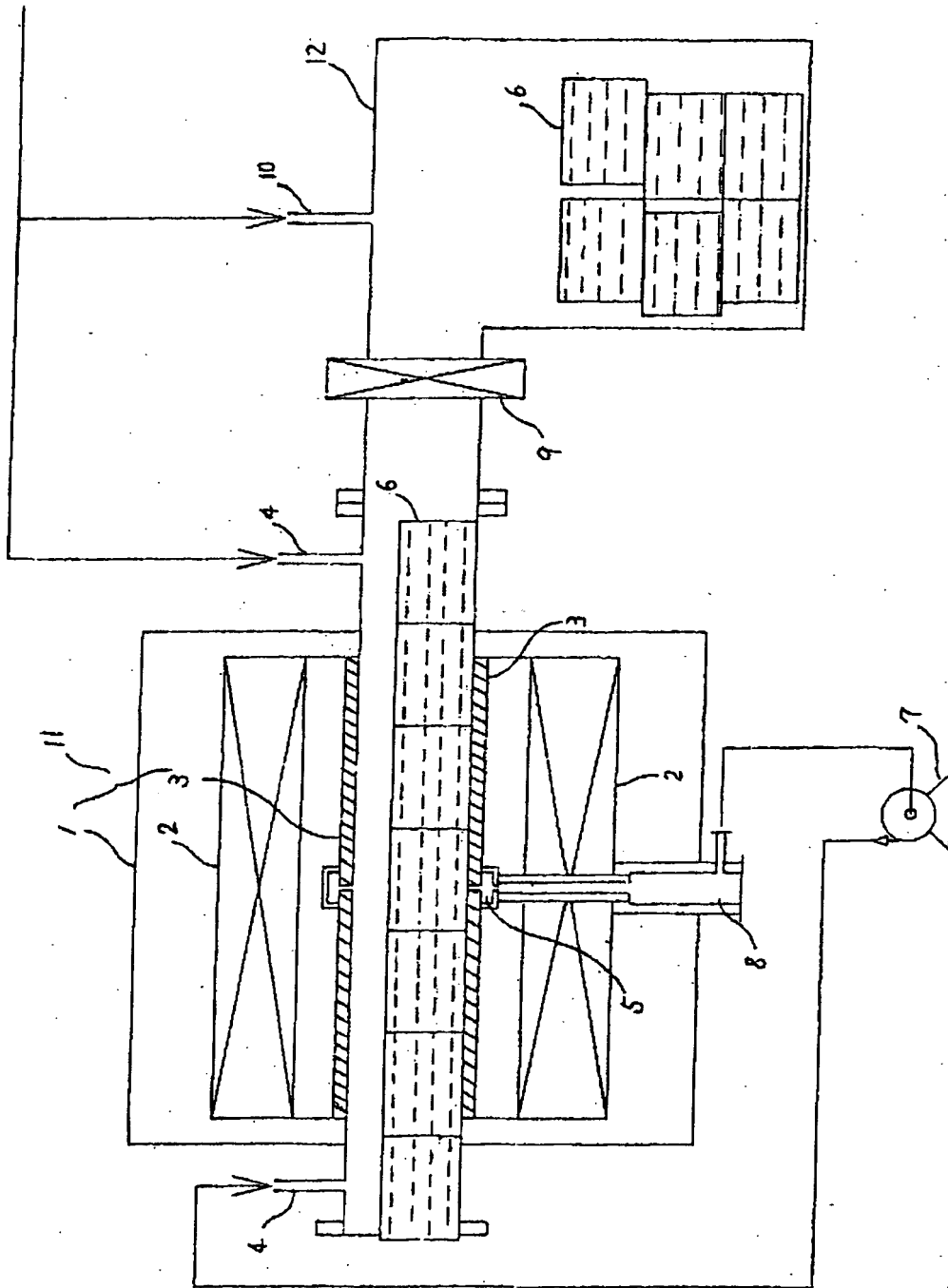
【図 2】



【図3】



【図4】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】炭素繊維を熱処理するにあたり、不純物の遷移金属の固化による炉の損傷を防ぐとともに、F e、C o、N i等の金属含有量を低減させるための方法、その装置並びに該炭素繊維を提供する。

【解決手段】炉内に流す不活性ガスに気化した金属不純物を含有させ、炉の高温部からガスを抜く。抜いたガス中の不純物は、冷却固化させ回収し、残ガスを再度不活性ガスとして炉内へ再利用する。

【選択図】なし

特2001-130941

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-130941	
受付番号	50100626751	
書類名	特許願	
担当官	第五担当上席	0094
作成日	平成13年 5月 7日	

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 4月27日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002004]

1. 変更年月日	1990年 8月27日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都港区芝大門1丁目13番9号
氏 名	昭和電工株式会社